

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002994

International filing date: 24 February 2005 (24.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-055363  
Filing date: 27 February 2004 (27.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 21 April 2005 (21.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

03.03.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2004年 2月27日

出願番号  
Application Number: 特願2004-055363

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号  
The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

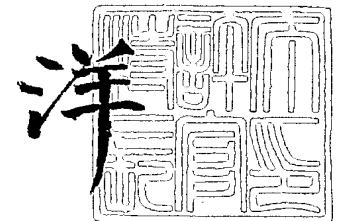
JP2004-055363

出願人  
Applicant(s): 三菱マテリアル株式会社

2005年 4月 7日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2005-3030787

【書類名】 特許願  
【整理番号】 3354604227  
【提出日】 平成16年 2月27日  
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿  
【国際特許分類】 B22F 3/02  
【発明者】  
    【住所又は居所】 新潟県新潟市小金町3丁目1番1号 三菱マテリアル株式会社新潟製作所内  
    【氏名】 中井 崇  
【発明者】  
    【住所又は居所】 新潟県新潟市小金町3丁目1番1号 三菱マテリアル株式会社新潟製作所内  
    【氏名】 川瀬 欣也  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000006264  
    【氏名又は名称】 三菱マテリアル株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100080089  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 牛木 護  
    【電話番号】 03-3500-1720  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 010870  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 9704489

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

成型型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法。

**【請求項 2】**

前記潤滑剤は、オキソ酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 3】**

前記潤滑剤は、りん酸系金属塩、硫酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タングステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、硝酸系金属塩又は炭酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 4】**

前記潤滑剤は、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 5】**

前記潤滑剤は、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 6】**

前記潤滑剤は、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 7】**

前記潤滑剤は、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 8】**

前記潤滑剤は、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 9】**

前記潤滑剤は酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、テレフタル酸2カリウム、テレフタル酸2ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、又はアスコルビン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 10】**

前記潤滑剤は、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 11】**

前記潤滑剤は、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 12】**

前記潤滑剤は、請求項2～11記載の潤滑剤を1種または2種以上用いたことを特徴とする請求項1記載の粉末成形方法。

**【請求項 13】**

前記水溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶解させたことを特徴とする請求項2～12記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 14】**

前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であることを特徴とする請求項13記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 15】**

前記潤滑剤に、防腐剤を添加したことを特徴とする請求項2～14のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 16】**

前記潤滑剤に、消泡剤を添加したことを特徴とする請求項2～15のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 17】**

前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したことを特徴とする請求項2～16のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 18】**

前記溶媒がアルコールまたはケトンであることを特徴とする請求項17記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 19】**

前記潤滑剤に、ハロゲン族元素を含まないことを特徴とする請求項2～18のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

**【請求項 20】**

粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成型型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設け、かつ前記噴出部に20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を供給することを特徴とする粉末成形金型装置。

**【請求項 21】**

粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成型型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する湿度制御手段を設け、かつ前記噴出部に20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を供給することを特徴とする粉末成形金型装置。

【書類名】明細書

【発明の名称】粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、原料粉末を粉末成形金型に充填して成形する粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置に関するものである。

【背景技術】

【0002】

焼結部品の製造に用いる圧粉体は、F e 系、C u 系等といった原料粉末を成形型内で加圧成形することにより形成され、この後焼結の工程を経て焼結体を作製する。そして、成形工程では、成形型を用いてプレスで加圧して成形体を成形する。このプレスのときには、成形体と成形型との間には摩擦が発生する。このため粉末混合時にステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウム等の、水に不溶性の脂肪酸系潤滑剤を添加し、潤滑性を付与している。

【0003】

しかしながら、このような原料粉末に潤滑剤を混合する方法では成形体の密度を向上するには限界がある。そこで、高密度の成形体を得るために、原料粉末に添加する潤滑剤を減らし、形成型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を塗付し、潤滑性の不足を補うことができる粉末成形体の成形方法が提案されている（例えば、特許文献1参照。）。

【0004】

この従来の成形方法は、加熱された金型の内面に、水に分散されている高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と、前記金型に金属粉末を充填し、前記高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む粉末成形体の成形方法であって、加熱され、内面にステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸系潤滑剤が塗布された金型を用いて、この金型に加熱された金属粉末を充填して、この金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが化学的に結合して金属石鹸の被膜が生成される圧力でこの金属粉末を加圧成形すると、金属石鹸の被膜が金型の内表面に生じ、その結果金属粉末の成形体と金型との間の摩擦力が減少し、成形体を抜出す圧力が少なくて済むことができるというものである。

【0005】

また、成形用の金型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を使用するため、水に不溶性の潤滑剤を使用することとなり、金型に塗付する潤滑剤は固体粉末の状態に塗付することとなる。このため、潤滑剤の粉末を静電塗付したり、水に界面活性剤で分散させて乾燥塗付する方法も知られている。

【特許文献1】特許第3309970号公報（段落0012, 0013）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

前記特許文献1等の従来技術においては、水に分散されている潤滑剤の固体粉末の状態、すなわち潤滑剤の固体粉末が水中に散在して混合した状態で成形型に塗布されているため、緻密な皮膜が形成されず、安定した成形体の生産が困難となるという問題がある。

【0007】

このような問題を解決するものとして同一出願人は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成するようにして、前記晶出層により成形部に緻密な潤滑層を形成することができる粉末成形体の成形方法を特願2002-338621号において提案している。そして、晶出層についてさらなる開発を行なって最適な水溶液を得たものである。

【0008】

そこで、本発明は、成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得ることができる粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明の請求項1は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法である。

【0010】

また、請求項2～12の本発明は前記潤滑剤をオキソ酸系金属塩又は有機酸系金属塩の群のうちから1種または2種以上を用いるもの、請求項13の本発明の前記水溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項14の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものである。

【0011】

さらに、請求項15の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項16の本発明は前記潤滑剤に消泡剤を添加したもの、また請求項17の本発明は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項18の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、また請求項19の本発明は前記潤滑剤にハロゲン族元素を含まないものである。

【0012】

このような粉末成形体の成形方法においては、例えば、成形体の摩擦面に、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム等の水溶液のりん酸系金属塩を0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶け込んで均一な相になるように溶解させた後、成形部の表面に付着、蒸発させることにより、潤滑剤の結晶が成長して晶出層が形成されるものである。

【0013】

また、請求項20の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置である。

【0014】

また、請求項21の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記水溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置である。

【0015】

この請求項20又は請求項21の構成によれば、成形型本体の貫通孔と、該貫通孔に嵌合する下パンチとで形成された成形部に原料粉末を充填する前に、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を加熱された前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部の周囲に前記潤滑剤の晶出層を緻密に形成する。この後、原料粉末を充填した後に前記貫通孔に上方から上パンチを嵌合して粉末成形体を成形するものである。

【発明の効果】

## 【0016】

本発明の請求項1は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法であり、成形部にいっそう緻密な潤滑のための晶出層を形成できることにより、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができる。

## 【0017】

また、請求項2の本発明は、前記潤滑剤を、オキソ酸系金属塩とするものである。

## 【0018】

また、請求項3の本発明は、前記潤滑剤を、りん酸系金属塩、硫酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タングステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、硝酸系金属塩又は炭酸系金属塩とするもの、請求項4の本発明は、前記潤滑剤を、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムとするもの、請求項5の本発明は、前記潤滑剤を、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムとするものである。

## 【0019】

請求項6の本発明は、前記潤滑剤を、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムとするもの、請求項7の本発明は、前記潤滑剤を、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムとするもの、請求項8の本発明は、前記潤滑剤を、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸ナトリウムとするもの、請求項9の本発明は、前記潤滑剤を、酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、テレフタル酸2カリウム、テレフタル酸2ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、又はアスコルビン酸ナトリウムとするもの、請求項10の本発明は、前記潤滑剤を、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムとするもの、請求項11の本発明は、前記潤滑剤を、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムである。さらに、請求項12の本発明は、請求項2～11記載の潤滑剤を1種又は2種以上用いたもの、さらに、請求項13の本発明においては、水溶性の前記潤滑剤を、0.01重量%以上飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項14の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものであり、さらに請求項15の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項16の本発明は前記潤滑剤に、消泡剤を添加したもの、また、請求項17の本発明は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項18の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、請求項19の本発明は前記潤滑剤に、ハロゲン元素を含まないものであり、いずれも成形部に緻密な潤滑のための晶出層を確実に形成できる。

## 【0020】

また、請求項20、請求項21の本発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の水溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けると一タと、該ヒータを前記水溶液の蒸発濃度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段を設け、かつ前記噴出部に20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を供給することを特徴とする粉末成形金型装置であり、成形部に潤滑剤の水溶液による晶出層をいっそう確実に形成して、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができ、さらに安定して連続成形することができる。

【発明を実施するための最良の形態】



**【0021】**

本発明における好適な実施の形態について、添付図面を参照して説明する。尚、以下に説明する実施の形態は、特許請求の範囲に記載された本発明の内容を限定するものではない。また、以下に説明される構成の全てが、本発明の必須要件であるとは限らない。

**【実施例1】****【0022】**

以下、本発明の実施例1を図1～図4を参照して説明する。図1は第1工程を示しており、同図において、1は後述する圧粉体たる粉末成形体Aの側面を成形する成形型本体たるダイ2に形成した貫通孔であり、該貫通孔2の下方より下パンチ3が嵌合され、一方貫通孔2の上方より上パンチ4が嵌合されるようになっている。さらに、ダイ2の上面に原料粉末Mを供給する原料供給体たるフィーダー5が摺動自在に設けられている。さらに、貫通孔2の上方に後述する潤滑剤の水溶液Lを噴霧して水溶液Lを成形部1Aに付着する付着手段たる噴霧部6が設けられており、該噴霧部6は貫通孔2に臨むように設けられると共に、水溶液Lのタンク（図示せず）に自動開閉弁（図示せず）を介して接続されている。また、貫通孔1と該貫通孔1に嵌合した下パンチ3とで画成される粉末成形体Aの成形部1Aの周囲にヒータ7と温度検出部8が設けられ、そして、これらヒータ7と温度検出部8は温度制御手段たる温度制御装置9に接続され、該温度制御装置9により貫通孔2の温度を水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の溶融温度よりも低く制御するようになっている。

**【0023】**

そして、第1工程においては、予め温度制御装置9により制御されたヒータ7の熱により貫通孔1の周囲は水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の溶融温度よりも低く設定されている。そして、貫通孔1に下パンチ3が嵌合して成形部1Aが形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部6より、20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この結果、水溶液Lは蒸発、乾燥して貫通孔1の周囲には結晶が成長して前記潤滑剤の晶出層Bが均一に形成される。20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上の水溶性潤滑剤を使用するのは、常温付近で水溶液に沈殿物が生じる恐れがあると、噴霧部6による付着を行なう場合、噴霧部6が詰まる等の不具合が発生するためである。一方、例えば、ステアリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム、ミリスチン酸ナトリウム、ラウリン酸ナトリウムの成分が含まれる通常の高級脂肪酸系の石鹸類は水溶液を高温にしなければ100gの水に対する3g以上の溶解度が得られない。

**【0024】**

次に図2の第2工程に示すように、フィーダー5が前進して原料粉末Mを成形部1Aに落下させて充填する。次に図3の第3工程に示すように、ダイ2を下方に移動させると共に、貫通孔1の成形部1Aに上方から上パンチ4を挿入し、上パンチ4と下パンチ3とで挟むようにして原料粉末Mを圧縮する。この時、下パンチ3は、下端が固定されており動かないようになっている。そして、この第3工程において、原料粉末Mは、潤滑剤により形成されている晶出層Bに潤滑状態で圧縮される。

**【0025】**

このように加圧成形された粉末成形体Aは、ダイ2がさらに下方に下がり、図4の第4工程で示すように下パンチ3の上面がダイ2の上面と略同じ高さになったとき取出し可能となる。この取り出しの際においても、潤滑剤により形成されている晶出層Bに粉末成形体Aは潤滑状態で接触する。このようにして、粉末成形体Aが取出された後、再び第1工程に戻って再び成形部1Aに水溶液Lが噴霧されて晶出層Bが形成された後に、原料粉末Mが成形部1Aに充填されるものである。

**【0026】**

次に水溶性の良いものとして20℃における100gの水に対する溶解度が3g以上とする点について説明する。図4の各種脂肪酸石けんにおける溶解度に示すように、普通の動

物油や植物油から作る混合石鹼やその主要成分は、いずれも常温では非常に水に対する溶解度が低く、水に溶解してもしばらくすると沈殿物が生成しやすく、常温で通常使用される温度である 20℃ 付近では、沈殿物を生じ、噴霧部に詰まりが生じる等の不都合が発生するため、これらの成分が含まれない様な溶解度が最低限必要であるとの認識から 20℃ における 100 g の水に対する溶解度が 3 g 以上としたものである。

**【0027】**

以下に、実施例及び比較例を表 1～3 により説明する。表 1～3 における実施例及び比較例は、いずれも原料粉末として鉄粉（平均粒径 90  $\mu$  m）に、潤滑剤としてステアリン酸リチウム（平均粒径 5  $\mu$  m）を 0.2 重量% 添加したものを回転混合機で 30 分混合したものを、加圧面積 1  $\text{cm}^2$  の円柱を成形する成形型に、前記混合した原料粉末を 7 g 充填し、この後 8 t /  $\text{cm}^2$  の成形圧力で粉末成形体を連続で 100 個成形したものである。そして、実施例のものでは、水溶性潤滑剤を水に溶解した水溶液を 150℃ に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、蒸発、乾燥させて晶出層を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 1 は、ステアリン酸リチウム（平均粒径 5  $\mu$  m）をアセトンに分散させたものを 150℃ に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、乾燥させて被膜を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 2 は成形型には潤滑剤を用いない場合である。表中の密度の R は、連続 100 個成形した成形体密度の最大値と最小値の差である。

**【0028】**

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9
成形型潤滑成分	りん酸水素 2 カリウム	りん酸水素 2 ナトリウム	りん酸 3 ナトリウム	ポリりん酸 ナトリウム	りん酸 リボフラビン ナトリウム	硫酸 カリウム	亜硫酸 ナトリウム	チオ硫酸 ナトリウム	ドデシル硫酸 ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃
平均拔出圧力	6 kN	8 kN	6 kN	8 kN	20 kN	18 kN	20 kN	18 kN	16 kN
平均成形体密度	7.56 g/cm <sup>3</sup>	7.55 g/cm <sup>3</sup>	7.56 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.50 g/cm <sup>3</sup>	7.52 g/cm <sup>3</sup>	7.50 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>
密度の R	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.03

【0029】

【表 2】

	実施例 1 0	実施例 1 1	実施例 1 2	実施例 1 3	実施例 1 4	実施例 1 5	実施例 1 6	実施例 1 7	実施例 1 8
成形型潤滑成分	ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム	食用青色 1 号	食用黄色 5 号	アスコルビン酸エステルナトリウム	四ほう酸ナトリウム	けい酸ナトリウム	タンゲステン酸ナトリウム	酢酸ナトリウム	安息香酸ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均拔出圧力	16 kN	16 kN	20 kN	8 kN	8 kN	10 kN	12 kN	18 kN	10 kN
平均成形体密度	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.53 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.54 g/cm <sup>3</sup>
密度の R	0.02	0.03	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02

【0030】

【表 3】

	実施例 1 9	実施例 2 1	実施例 2 3	実施例 2 4	実施例 2 5	比較例 1	比較例 2
成形型潤滑成分	テレフタル酸2ナトリウム	ステアリン酸ナトリウム	炭酸水素ナトリウム	炭酸ナトリウム	硝酸カリウム	ステアリン酸リチウム	なし
溶媒	水	水	水	水	水	アセトン	
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	分散	
濃度	1%	0.2%	1%	1%	1%	1%	
成形温度	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃	150℃
平均拔出圧力	1 kN	16 kN	18 kN	18 kN	20 kN	22 kN	32 kN
平均成形体密度	7.54 g/cm <sup>3</sup>	7.52 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.52 g/cm <sup>3</sup>	7.51 g/cm <sup>3</sup>	7.50 g/cm <sup>3</sup>	7.48 g/cm <sup>3</sup>
密度の R	0.02	0.04	0.03	0.02	0.04	0.20	0.16

## 【0031】

表1～3の比較結果として、実施例では、成形型より圧粉体を抜き出す拔出圧力は、比較例1の拔出圧力以下です。また実施例では、比較例1より密度の向上を図ることができ、さらに、密度のRが非常に小さくなった。これにより、実施例においては連続成形でも高密度の成形を安定して行うことができる。

## 【0032】

尚、前記潤滑剤は、水溶性のりん酸系金属塩として、りん酸水素2カリウム、りん酸水

素 2 ナトリウム、りん酸 3 カリウム、りん酸 3 ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、りん酸リボフラビンナトリウム等の様に構造中にりん酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0033】

水溶性の硫黄酸塩系金属塩として、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色 1 号 ( $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$ )、食用黄色 5 号 ( $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$ )、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム等の様に構造中に硫酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0034】

水溶性のほう酸系金属塩として、四ほう酸カリウム、四ほう酸ナトリウム等の様に構造中にほう酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0035】

水溶性のけい酸系金属塩として、けい酸カリウム、けい酸ナトリウム等の様に構造中にけい酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0036】

水溶性のタングステン酸系金属塩として、タングステン酸カリウム、タングステン酸ナトリウムの様に構造中にタングステン酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0037】

水溶性の有機酸系金属塩として、酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、テレフタル酸 2 カリウム、テレフタル酸 2 ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム等の様に構造中に有機酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0038】

水溶性の窒素酸系金属塩として、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム等の様に構造中に窒素酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0039】

水溶性の炭酸系金属塩として、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素ナトリウム等の様に構造中に炭酸系の基を含むものが好適である事が表 1 ～ 3 からわかる。

【0040】

これらの挙げられた様な潤滑剤の 1 種又は 2 種以上を用いることができる。

【0041】

そして、水溶性潤滑剤の濃度は、0.01 重量%以上飽和濃度未満とする。これは、0.01 重量%未満では、形成金型に付着蒸発させる水分量が多すぎて金型の温度が低下し一定の温度とスピードで安定して形成する事が困難となるためであり、飽和濃度以上では、潤滑剤が溶解しきれず固体となって沈殿し、噴霧部 6 による付着を行なう場合、噴霧部 6 が詰まる等の不具合が発生するためである。

【0042】

また、溶解する水は、蒸留水やイオン交換水といった金属成分やハロゲン元素成分を取り除いた水が好ましい。潤滑剤の種類によっては、容易に水中の金属成分と置換して沈殿物を生成して不具合を起こす場合があり、また、ハロゲン成分が多量に含まれていた場合、圧粉体が結びやすくなったり、焼結時にダイオキシン等の有害物質が生成したりする不具合を起こす場合があるためである。

【0043】

さらに、潤滑剤の種類によっては、微生物が繁殖して腐りやすいという問題があり、成分が変化したり悪臭が発生する場合があるが、防腐剤を添加することで微生物の発生を防止することができる。防腐剤には、安息香酸ナトリウム等の潤滑性を損なわず、人体に対

する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。

【0 0 4 4】

また、潤滑剤の種類によっては、泡が発生しやすいという問題があり、水溶液 L を成形部 1 A に付着させたときに、泡が発生して原料粉末が固まるおそれがあるが、アルコールやケトンといった水溶性の溶媒や消泡剤を添加することで泡の発生を防止することができる。アルコールやケトンには、エタノールやアセトン等の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。

【0 0 4 5】

アルコールやケトンといった水溶性の溶媒には、水よりも沸点や蒸発潜熱の低いものを使用することで、蒸発、乾燥時間を短くしたり、成形型本体 2 を高温にする必要がなくなる場合もある。

【0 0 4 6】

これらの潤滑剤及び添加物、溶解する水にはハロゲン元素が含まれていると、炭素成分の共存中で焼結するという鉄系の粉末冶金でよく使用される条件ではダイオキシン等の微量で毒性の高い成分の生成が懸念されるため、ハロゲン元素を含ませないことが好ましい。

【0 0 4 7】

成形型本体 2 の温度や混合した原料粉末 M は、高温にした方が乾燥時間の短縮や温間成形の効果等があるため好ましいが、不具合がなければ常温でもよい。高温にする場合は、原料粉末が固まったり潤滑剤が金型（成形部 1 A）の底へ流れ落ちるため安定して温間成形することが困難であるため設定温度で溶融しない潤滑剤の選定が好ましいが、不具合がなければ半溶融状態や高粘性状態、2 種以上の潤滑剤配合の 1 種以上が溶融状態でもよい。従来使用されていたステアリン酸亜鉛は約 120° C、ステアリン酸リチウムは約 220° C で溶融するためそれ以上の温度で安定して温間成形することが困難であったが、本発明の潤滑剤の中には 220° C 以上で溶融しないものは多数存在し、中には 1000° C を超えても溶融しないものも含まれているため、金型（成形部 1 A）の耐熱温度や原料粉末の酸化温度ぎりぎりまで高温にして容易に安定して温間成形することが可能である。但し、その場合は、原料粉末の流動性の問題等があるため、混合した原料粉末 M に添加する潤滑剤も高温で溶けないもの、例えば、本発明の潤滑剤を粉末状にしたものや、200℃以上の高温でも使用できる固体潤滑剤である黒鉛や 2 硫化モリブデン等にしたり、原料粉末に潤滑剤を入れずに成形型潤滑だけで成形した方が好ましい。

【0 0 4 8】

以上のように、前記実施形態では、成形型本体 2 に形成した成形部 1 A に原料粉末 M を充填した後に、下、上パンチ 3、4 を前記成形部 1 A に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末 M を充填する前に、潤滑剤を溶媒に均一な相となるように溶解した水溶液 L を前記成形部 1 A に付着させ、該水溶液 L を蒸発させて前記成形部 1 A に結晶を形成させて晶出層 B を形成することにより、成形部 1 A の周面に緻密な潤滑用の層 B が形成され、粉末成形体 A の成形部 1 A からの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体 A の密度も向上することができる。

【0 0 4 9】

また、粉末成形体 A の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体 2 と、前記貫通孔 1 に下方から嵌合する下パンチ 3 と、前記貫通孔 1 に上方から嵌合する上パンチ 4 と、前記貫通孔 1 に臨む潤滑剤の水溶液 L の噴出部 6 と、前記貫通孔 1 と該貫通孔 1 に嵌合した下パンチ 3 とで画成される粉末成形体 A の成形部 1 A の周囲に設けるヒータ 7 と、該ヒータ 7 を前記水溶液 L の蒸発温度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段 9 を設け、成形部 1 A に原料粉末 M を充填する前に、潤滑剤の水溶液 L を加熱された前記成形部 1 A に付着させ、該水溶液 L を蒸発させて前記成形部 1 A の周囲に前記潤滑剤の晶出層 B を緻密に形成することにより、成形部 1 A の周面に緻密な潤滑用の層 B が形成され、粉末成形体 A の成形部 1 A からの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体 A の密度も向上し、さらに安定して連続成形することができる。

## 【実施例 2】

## 【0050】

図 5 ～ 図 8 は実施例 2 を示しており、前記実施例 1 と同一部分には同一符号を付してその詳細な説明を省略する。通孔 1 の表面 10 には、水溶液 L の前記表面 10 へのぬれ性を向上するための親水性処理を施したり親水性材料を配置したりして表面処理層 11 を設ける。前記表面処理層 11 における上述の水溶液 L との接触角度  $X$  は、ダイ 2 自体の材質によって形成される表面 10 又は材質が直接表れる上面 2 A における前記水溶液 L との接触角度  $Y$  より小さくなる ( $X < Y$ ) ことにより前記ぬれ性を向上することができるものである。尚、前記接触角度  $X$ ,  $Y$  の測定は、説明のために示した図の状態ではなくそれぞれ表面 10、上面 2 A を水平に保つするなど同一条件で測定されるものである。そして前記表面処理層 11 としては、表 4 にみられるような結合をもつ酸化物、フッ化物、窒化物、塩化物、硫化物、臭化物、ヨウ化物、炭化物、水酸化物等を溶射、PVD、CVD、ショットピーニング等で親水コーティングを施したもの、酸化チタン、酸化亜鉛等のコーティングに光照射による光触媒作用を施したもの、アルカリや熱水処理等による水酸化物生成、カリウムやナトリウムイオン等のスパッタリングによる表面処理、さらには溶射被膜や粉末冶金金型の利用等で表面に微細な空孔を形成することによる水溶液 L の表面張力の変化の利用等として、表面処理層により貫通孔 1 表面 10 における水溶液の接触角度を小さくして該箇所でのぬれ性を向上するようにしたものである。尚、表面 10 を酸や火炎処理、電解研磨等による油性有機物等の処理を行って接触角度  $X$  が小さくなるように前記貫通孔 1 の表面を形成してもよい。また、強度等に問題がなければ、金型の素材に表 4 に見られる様な親水性物質で構成する事が好ましい。強度や硬度を向上させるため、鉄や超硬等の金属に表 1 に見られるような物質を分散させても良いし、Ti、V、Si、Al 等の酸化しやすい金属と合金化させて金型の素材とする事も親水性向上に効果がある。コーティングする場合も、強度や硬度を向上させるために、鉄や超硬等の金属を親水性物質といっしょにコーティングする事も金型寿命と親水性とを両立させる上で好ましい。

## 【0051】



【表 4】

親水性物質の例	親水性の結合元素又は親水性物質	おおよその結合のイオン性	親水性の主な理由
Cs-F, F-F		93%	結合のイオン性が大きい (極性が大きい)ので親水性。
K-F, Rb-F		92%	
Na-F, Ba-F, Ra-F		91%	
Li-F, Ca-F, Sr-F		89%	
Ac-F, $\bar{\nu}$ タリト-F		88%	
Mg-F, Y-F, Os-O, Fr-O		86%	
Se-F, Hf-F, Th-F, K-O, Rb-O		84%	
Zr-F, Pa-F, U-F, Na-O, Ba-O, Ra-O		82%	
Be-F, Al-F, Ti-F, Ta-F, Mn-F, Li-O, Ca-O, Sr-O		79%	
Nb-F, V-F, Cr-F, Zn-F, Ga-F, Ac-O, $\bar{\nu}$ タリト-O		76%	
W-F, Cd-F, In-F, Mg-O, Y-O, Cs-O, Fr-O, Cs-N, Fr-N, Cs-Cl, Fr-Cl		73%	
Mo-F, Fe-F, Ti-F, Si-F, Ge-F, Sn-F, Se-O, Hf-O, Th-O, K-N, Rb-N, K-Cl, Rb-Cl		70%	
Re-F, Tc-F, Co-F, Ni-F, Cu-F, Ag-F, Hg-F, Pb-F, Bi-F, Zr-O, Pa-O, U-O, Na-N, Ba-N, Ra-N, Na-Cl, Ba-Cl, Ra-Cl, Cs-Br, Fr-Br		67%	
B-F, As-F, Po-F, Be-O, Al-O, Ti-O, Ta-O, Mn-O, Li-N, Ga-N, Sr-N, Li-Cl, Ca-Cl, Sn-Cl, K-Br, Rb-Br		63%	
P-F, Te-F, Nb-O, V-O, Cr-O, Zn-O, Ga-O, Ac-N, $\bar{\nu}$ タリト-N, Ac-Cl, $\bar{\nu}$ タリト-Cl, Na-Br, Ba-Br, Ra-Br		59%	
Ru-F, Os-F, Rh-F, Ir-F, Pt-F, At-F, W-O, Cd-O, Ir-O, Mg-N, Y-N, Cs-N, Fr-N, Mg-Cl, Y-Cl, Cs-Cl, Fr-Cl, Ca-Br, Sr-Br, Cs-Cl, Fr-Cl,		55%	
Cs-S, Fr-S, Cs-I, Fr-I		51%	
Mo-O, Fe-O, Ti-O, Si-O, Ge-O, Sn-O, Se-N, Hf-N, Th-N, Se-Cl, Hf-Cl, Th-Cl, Ac-Br, $\bar{\nu}$ タリト-Br, K-C, Rb-C, K-S, Rb-S, K-I, Rb-I		47%	
Au-F, Se-F, Re-O, Tc-O, Co-O, Ni-O, Cu-O, Ag-O, Hg-O, Pb-O, Bi-O, Zr-N, Pa-N, U-N, Zr-Cl, Pa-Cl, U-Cl, Mg-Br, Y-Br, Na-C, Ba-C, Ra-C, Na-S, Ba-S, Ra-S, Na-I, Ba-I, Ra-I		43%	
B-O, As-O, Po-O, Be-N, Al-N, Tl-N, Ta-N, Mn-N, Be-Cl, Al-Cl, Ti-Cl, Ta-Cl, Mn-Cl, Se-Br, Hf-Br, Th-Br, U-Cl, Ca-C, Sr-C, Li-S, Ca-S, Sr-S, Li-I, Ca-I, Sr-I		39%	
P-O, Te-O, Nb-N, V-N, Cr-N, Zn-N, Ga-N, Nb-Cl, V-Cl, Cr-Cl, Zn-Cl, Ga-Cl, Zr-Br, Pa-Br, U-Br, Ac-C, $\bar{\nu}$ タリト-C, Ac-S, $\bar{\nu}$ タリト-S, Ac-I, $\bar{\nu}$ タリト-I		35%	
Ru-O, Os-O, Rh-O, Ir-O, Pt-O, Pt-O, At-O, W-N, Cd-N, Ir-N, W-Cl, Cd-Cl, Ir-Cl, Be-Br, Al-Br, Tl-Br, Ta-Br, Mn-Br, Mg-C, Y-C, Os-C, Fr-C, Mg-S, Y-S, Cs-S, Fr-S, Mg-I, Y-I, Cs-I, Fr-I		30%	
Mo-N, Fe-N, Ti-N, Si-N, Ge-N, Sn-N, Mo-Cl, Fe-Cl, Th-Cl, Si-Cl, Ge-Cl, Sn-Cl, Nb-Br, V-Br, Cr-Br, Zn-Br, Ga-Br, Se-C, Hf-C, Th-C, Se-S, Hf-S, Th-S, Se-I, Hf-I, Th-I			水溶液中で親水性
水酸基を含む物質全般			表面の水酸基化で親水性
酸化物全般			溶解するので親水性
水溶性物質全般			光照射による親水性
酸化物の一部(酸化チタン、酸化亜鉛など)			

【0052】

そして、第1工程においては、予め温度制御装置9により制御されたヒータ7の熱により貫通孔1の表面10は水溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の溶融温度よりも低く設定されている。そして、貫通孔1に下パンチ3が嵌合して成形部1Aが形成されている状

態で、自動開閉弁を開いて噴霧部 6 より潤滑剤の水溶液 L を、ヒータ 7 により加熱されたダイ 2 の成形部 1 A に吹き付けて付着させる。この際、水溶液 L の接触角度 X は表面処理層 11 がなければ接触角度 Y のようになるが、前記表面処理層 11 により小さい接触角度 X となり、この結果水溶液 L がはじかれるようなことが少なくなって貫通孔 1 に全面的に水溶液 L が付着してぬれるようになる。そして、水溶液 L は蒸発、乾燥して貫通孔 1 の表面処理層 11 には結晶が全面的に成長して前記潤滑剤の潤滑層たる晶出層 B が均一に形成される。

#### 【0053】

次に図 6 の第 2 工程に示すように、フィーダー 5 が前進して原料粉末 M を成形部 1 A に落下させて充填する。次に図 7 の第 3 工程に示すように、ダイ 2 を下方に移動させると共に、貫通孔 1 の成形部 1 A に上方から上パンチ 4 を挿入し、上パンチ 4 と下パンチ 3 とで挟むようにして原料粉末 M を圧縮する。この時、下パンチ 3 は、下端が固定されており動かないようになっている。そして、この第 3 工程において、原料粉末 M は、潤滑剤により形成されている晶出層 B に潤滑状態で圧縮される。

#### 【0054】

このように加圧成形された粉末成形体 A は、ダイ 2 がさらに下方に下がり、図 9 の第 4 工程で示すように下パンチ 3 の上面がダイ 2 の上面と略同じ高さになったとき取出し可能となる。この取り出しの際においても、潤滑剤により形成されている晶出層 L に粉末成形体 A は潤滑状態で接触する。このようにして、粉末成形体 A が取出された後、再び第 1 工程に戻って再び成形部 1 A に水溶液 L が噴霧されて晶出層 L が形成された後に、原料粉末 M が成形部 1 A に充填されるものである。

#### 【0055】

以上のように、前記実施例では、前記ダイ 2 自体における前記水溶液 L との接触角度 Y より小さくなる前記水溶液 L との接触角度 X を有するように前記貫通孔 1 の表面 10 に表面処理層 11 を形成したことにより、水溶液 L を付着した際に貫通孔 10 における水溶液 L のぬれ性を向上して、該水溶液 L を表面処理層 11、ひいては貫通孔 1 の全面に水溶液を行き渡らせて、水を蒸発させることにより晶出層 B を全面的に形成することができ、この結果高密度の粉末成形体 A を安定して得ることができる。

#### 【実施例 3】

#### 【0056】

図 9 ～ 図 10 は実施例 3 を示しており、前記実施例 1, 2 と同一部分には同一符号を付してその詳細な説明を省略する。実施例 2 においては、フィーダー 5 が摺動自在に設けられるダイ 2 の上面 2 A には、前記水溶液 L の前記上面 2 A へのぬれ性を低下、すなわち撥水（疎水）性を向上するための撥水処理を施したり撥水材料を配置したりして表面処理層 21 を設ける。前記表面処理層 21 における前記水溶液 L との接触角度 Y' は、前記ダイ 2 の材質自体によって形成される表面、実施例 3 では貫通孔 1 の表面 10 における前記水溶液 L との接触角度 X' より大きくなる（ $Y' > X'$ ）ことにより前記ぬれ性を低下することができるものである。前記表面処理層 21 としては、表 5 にみられる様なシリコン系樹脂やフッ素系樹脂等の Si-H や C-H 結合等に見られる物質や無極性物質等により形成される。

#### 【0057】

【表 5】

溶水性物質の例		溶水性の結合元素又は溶水性物質	おおよその結合のイオン性	溶水性の主な理由
Re-H, Te-H, Co-H, Ni-H, Cu-H, Ag-H, Hg-H			1%	結合のイオン性が小さい (極性が小さい)ので溶水性。
Mo-H, Fe-H, Ti-H, Si-H			3%	
H-C, P-C, Te-C, H-S, P-S, Te-S, H-I, P-I, Te-I, W-H, Cd-H, In-H			4%	
B-C, As-C, Po-C, B-S, As-S, Po-S, B-I, As-I, Po-I, Nb-H, V-H, Cr-H, Zn-H, Ga-H,			7%	
Re-C, Te-C, Co-C, Ni-C, Cu-C, Ag-C, Hg-C, Pb-C, Bi-C, Re-S, Te-S, Co-S, Ni-S, Cu-S, Ag-S, Hg-S, Pb-S, Bi-S, Re-I, Te-I, Co-I, Ni-I, Cu-I, Ag-I, Hg-I, Pb-I, Bi-I, Be-H, Al-H, Ti-H, Ta-H, Mn-H,			9%	
Mo-C, Fe-C, Ti-C, Si-C, Ge-C, Sn-C, Mo-S, Fe-S, Ti-S, Si-S, Ge-S, Sn-S, Mo-I, Fe-I, Ti-I, Si-I, Ge-I, Sn-I, Zr-H, Pa-H, U-H			11%	
無溶水性物質全般				無溶水性なので溶水性

【0058】

したがって、実施例3では、自動開閉弁を開いて噴霧部6より潤滑剤の水溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この際、水溶液Lの一部が上面2Aに付着してしまうことが生ずる。しかしながら、この上面2Aおける接

触角度  $Y'$  は前記表面処理層 21 によりダイ 2 に直接接触した水溶液 L の接触角度  $X'$  よりも大きくなり、この結果水溶液 L がはじかれて上面 2 A に水溶液 L が溜まるようなことを抑止するようになる。

#### 【0059】

以上のように、ダイ 2 自体における水溶液 L との接触角度  $X'$  より大きくなる前記水溶液 L との接触角度  $Y'$  を有するように前記上面 2 A に表面処理層 21 を形成したことにより、上面 2 A における撥水性を向上して、上面 2 A (表面処理層 21) に水溶液 L をたまりにくくしてフィーダー 5 に収容されている原料粉末 M に水溶液 L が触れ難くして水溶液 L により原料粉末 M が固まる粉だまりを防止することができる。

#### 【実施例 4】

#### 【0060】

図 9～図 10 は実施例 4 を示しており、前記実施例 1～3 と同一部分には同一符号を付してその詳細な説明を省略する。実施例 4 においては、貫通孔 2 の上方に潤滑剤を溶媒たる水に溶解した水溶液 L を噴霧してこの水溶液 L を成形部 1 A に付着する付着手段たる噴霧部 6 が設けられており、該噴霧部 6 は貫通孔 2 に臨むように設けられる。そして、前記水溶液 L には、貫通孔 1 の表面 10 へのぬれ性向上成分を含むものである。前記ぬれ性向上成分は水溶液 L の表面 10 との接触角度  $X''$  を小さくする成分であり、例えば界面活性剤が使用される。

#### 【0061】

したがって、貫通孔 1 に下パンチ 3 が嵌合して成形部 1 A が形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部 6 より潤滑剤の水溶液 L を、ヒータ 7 により加熱されたダイ 2 の成形部 1 A に吹き付けて付着させる。この際、水溶液 L の接触角度  $X''$  はぬれ性向上成分がなければ大きくなるが、前記ぬれ性向上成分により接触角度  $X''$  は小さくなり、この結果水溶液 L がはじかれるようなことが少なくなって貫通孔 1 の表面 10 の全面に水溶液 L が付着してぬれるようになる。そして、水溶液 L は蒸発、乾燥して貫通孔 1 の周囲には結晶が全面的に成長して前記潤滑剤の晶出層 B が均一に形成される。

#### 【0062】

以上のように、前記実施例では、前記水溶液 L に表面 10 との接触角度  $X''$  を小さくするように前記水溶液 L にぬれ性向上成分を設けたことにより、水溶液 L を付着した際に貫通孔 1 における水溶液 L のぬれ性を向上して、該水溶液 L を貫通孔 1 の全面に行き渡らせて、水を蒸発させることにより晶出層 B を全面的に形成することができ、この結果高密度の粉末成形体を安定して得ることができる。

#### 【0063】

尚、以下に実施例及び比較例を表 6 により説明する。表 6 における実施例及び比較例は、いずれも原料粉末として鉄粉 (平均粒径  $90\mu\text{m}$ ) を用い、加圧面積  $1\text{cm}^2$  の円柱を成形する成形型に、前記混合した原料粉末を  $7\text{g}$  充填し、この後  $8\text{t}/\text{cm}^2$  の成形圧力で粉末成形体を成形したものである。そして、実施例のものでは、水溶性潤滑剤としてリン酸水素 2 カリウムと安息香酸ナトリウムを各  $1\%$  混合した水溶液を親水性物質をコーティングし、 $250^\circ\text{C}$  に加熱された成形型の成形部に付着させた後に、蒸発、乾燥させて晶出層を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 1 は、通常の金型を  $250^\circ\text{C}$  に加熱された成形型の成形部に潤滑液を付着させた後に、乾燥させ、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 2 は通常の金型を  $150^\circ\text{C}$  に加熱された成形型の成形部に潤滑液を付着させた後に、乾燥させ、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例 3 は通常の金型を  $150^\circ\text{C}$  に加熱し、潤滑液を付着させず、そのまま原料粉末を充填するようにしたものである。いずれも通常の金型の成形部には、工具鋼として通常使用される SKH-51 を使用した。

#### 【0064】

【表 6】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	比較例2	比較例3
親水性結合元素	Al-O Ti-O	Al-O	Ti-O	Al-O Mg-O	Al-O Si-O	Al-O Ca-O	なし	なし	なし
親水性被膜成分	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 60% TiO <sub>2</sub> 40%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	スピネル	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 60% SiO <sub>2</sub> 40%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 60% CaO 40%	なし	なし	なし
親水性被膜処理方法	溶射	溶射	溶射	溶射	溶射	溶射	なし	なし	なし
成形型潤滑	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	なし
成形温度	250℃	250℃	250℃	250℃	250℃	250℃	250℃	150℃	150℃
成形速度	7.68g/cm <sup>3</sup>	7.67g/cm <sup>3</sup>	7.69g/cm <sup>3</sup>	7.67g/cm <sup>3</sup>	7.69g/cm <sup>3</sup>	7.67g/cm <sup>3</sup>	成形不能	7.58g/cm <sup>3</sup>	成形不能

【0065】

表6の比較結果として、親水性被膜を付けない金型で250℃で成形すると、成形部にうまく潤滑剤が付かないため成形できないのに比べて、親水性被膜を付けた金型で形成した実施例1～6は、いずれも150℃を越える高温で成形が可能であり、150℃で成形した成形体密度を上回る密度が得られることがわかる。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0066】

尚、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨の範囲内において、種々の変形実施が可能である。また、前記実施形態においては前記原料粉末を充填する前に、前記水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成した後にパンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形するものであるが、前記原料粉末を充填する前に必ず水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成する必要はなく、例えば始めの粉末成形体の成形後に、水溶液を前記成形部に付着させずに始めの晶出層を利用してそのまま原料粉末を充填して次の成形を行い、次に3回目の原料粉末を充填する前に水溶液を前記成形部に付着させ、該水溶液を蒸発させて前記成形部に2回目の晶出層を形成するように断続的な連続により水溶液を前記成形部に付着させるようにしてもよい。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0067】

- 【図1】 本発明の実施例1を示す第1工程の断面図である。
- 【図2】 本発明の実施例1を示す第2工程の断面図である。
- 【図3】 本発明の実施例1を示す第3工程の断面図である。
- 【図4】 本発明の実施例1を示す第4工程の断面図である。
- 【図5】 石けんの溶解度のグラフである。
- 【図6】 本発明の実施例2を示す第1工程の断面図である。
- 【図7】 本発明の実施例2を示す第2工程の断面図である。
- 【図8】 本発明の実施例2を示す第3工程の断面図である。
- 【図9】 本発明の実施例2を示す第4工程の断面図である。
- 【図10】 本発明の実施例3を示す第1工程の断面図である。
- 【図11】 本発明の実施例3を示す第2工程の断面図である。
- 【図12】 本発明の実施例4を示す第1工程の断面図である。
- 【図13】 本発明の実施例4を示す第2工程の断面図である。

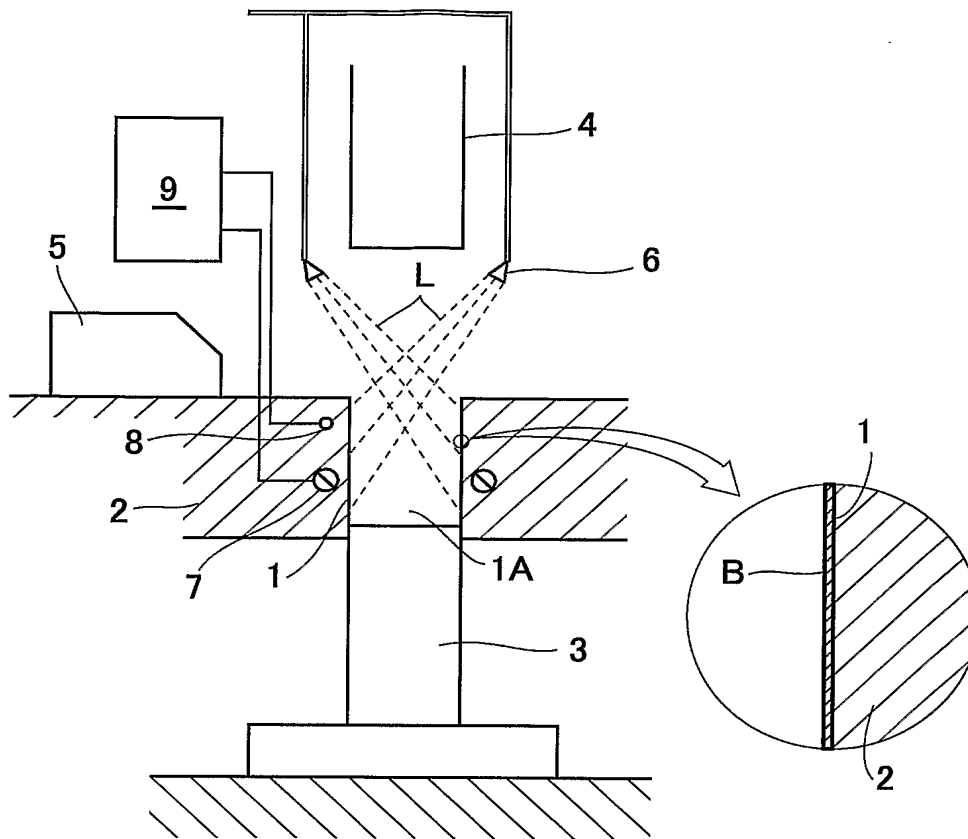
## 【符号の説明】

## 【0068】

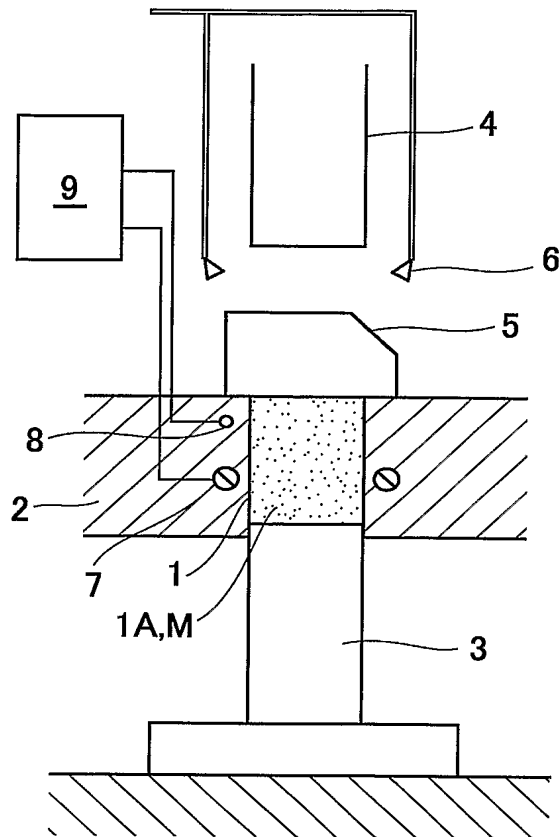
- 1 貫通孔
- 1A 成形部
- 2 成形型本体
- 3 下パンチ
- 4 上パンチ
- 6 噴出部
- 7 ヒータ
- 9 温度制御装置
- A 粉末成形体
- B 晶出層
- L 水溶液
- M 原料粉末

【書類名】 図面

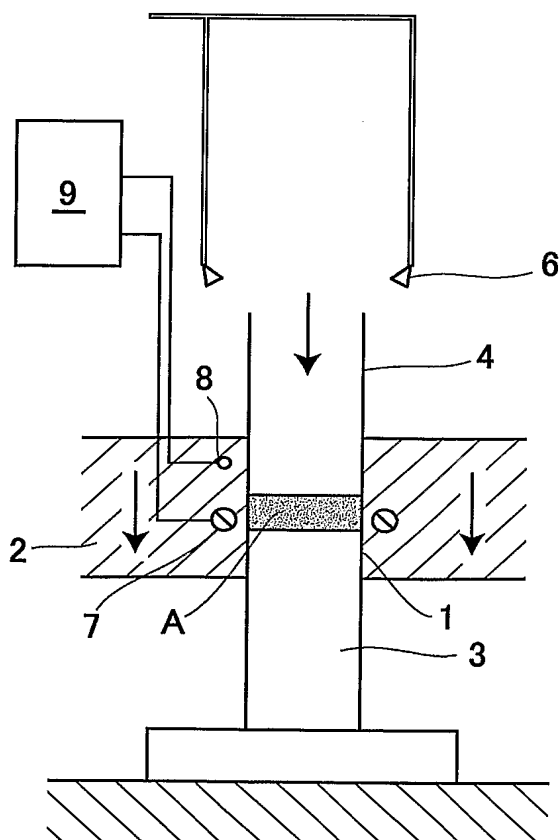
【図 1】



【図 2】

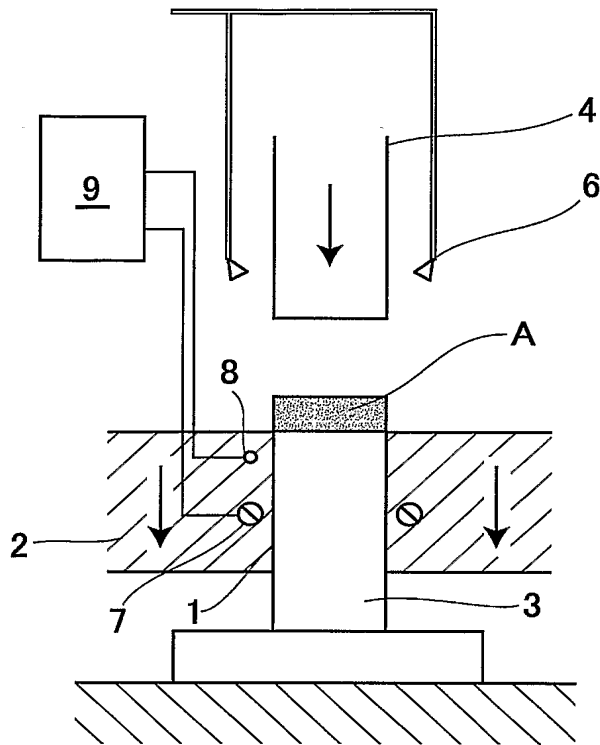


【図 3】

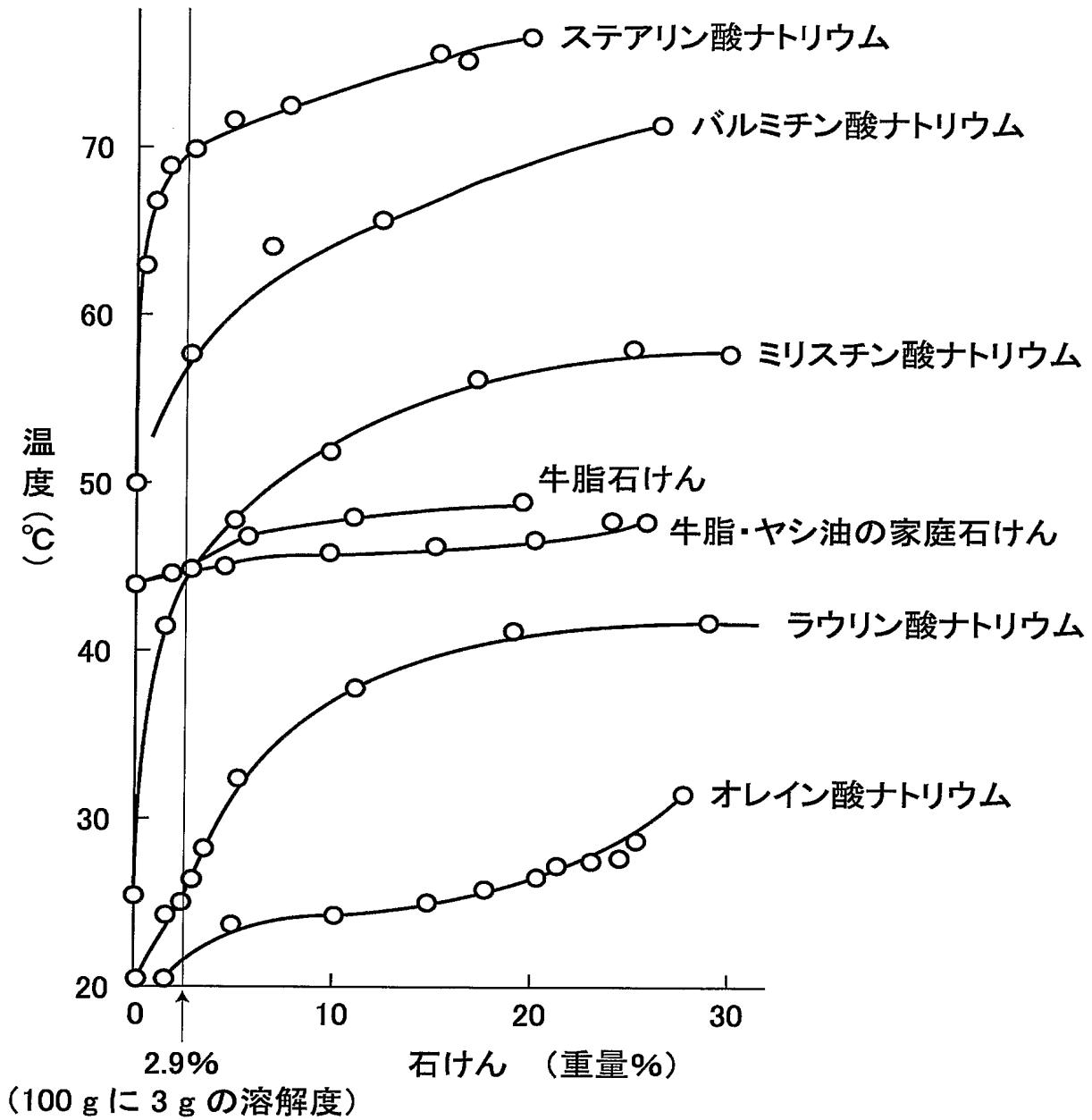




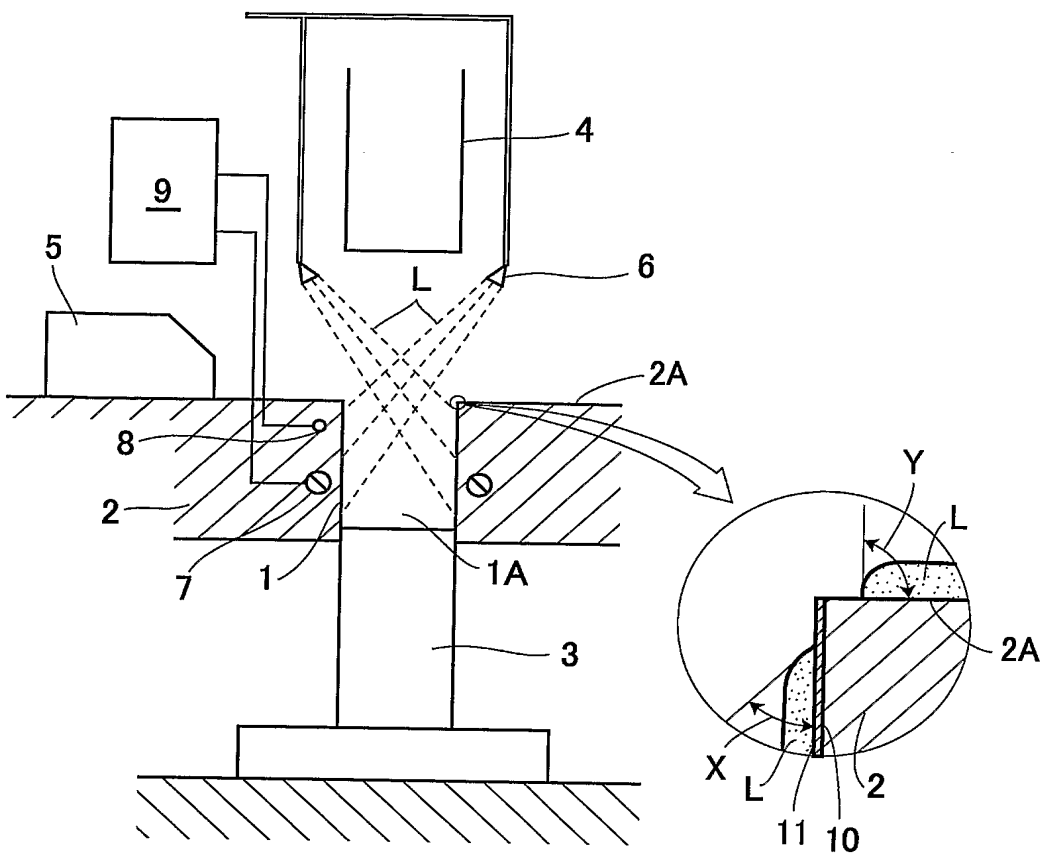
【図 4】



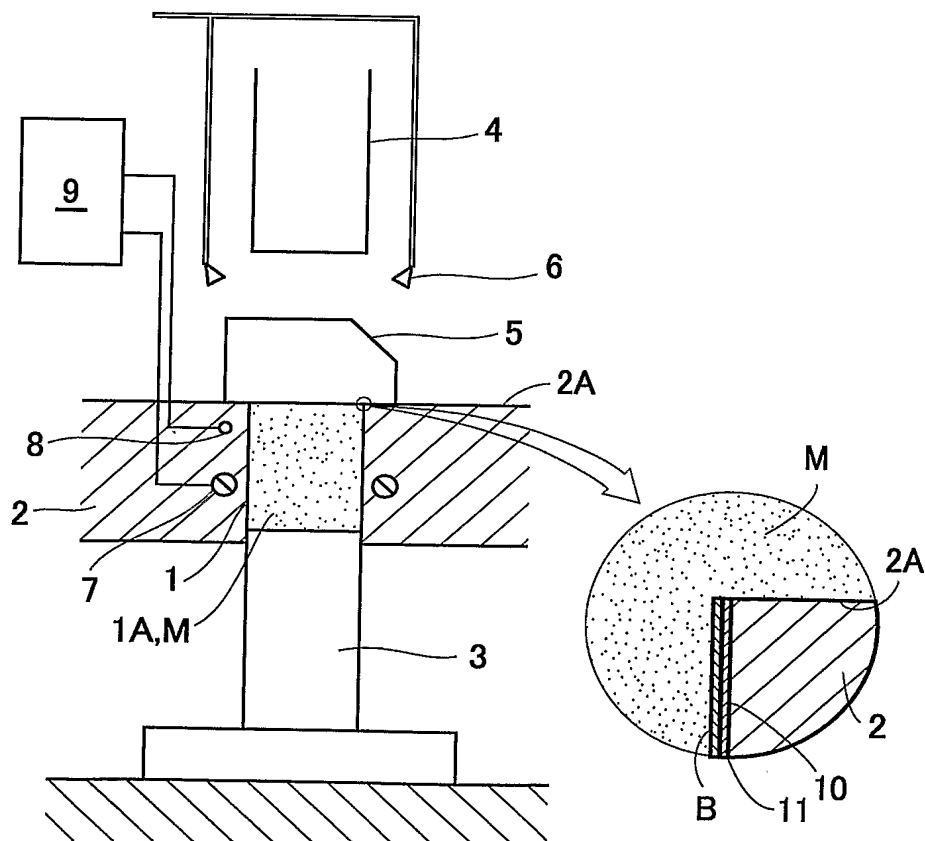
【図 5】



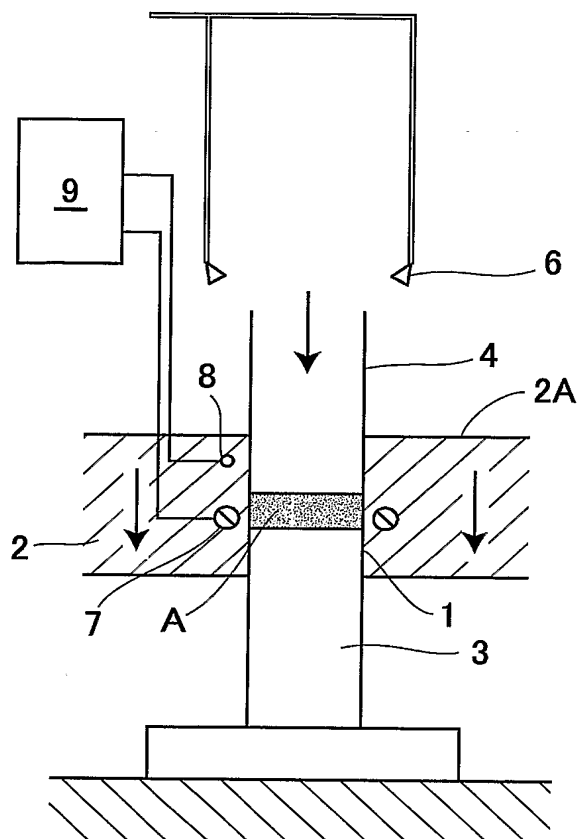
【図 6】



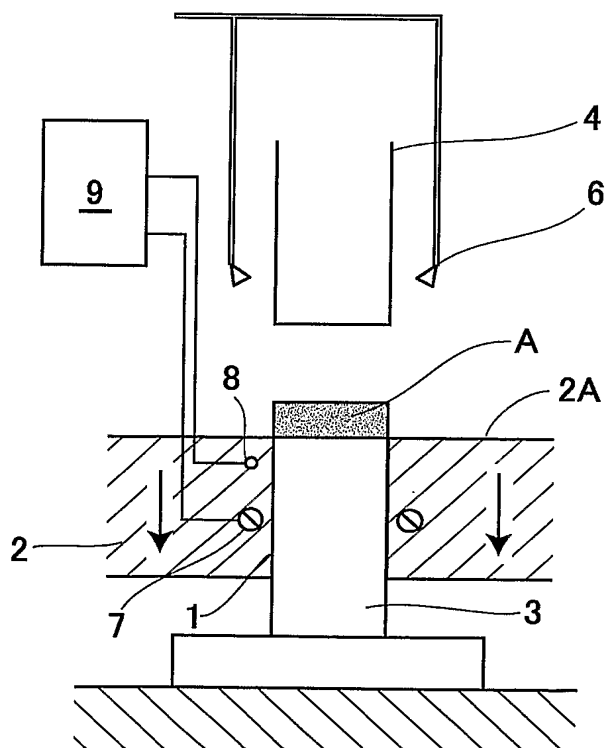
【図 7】



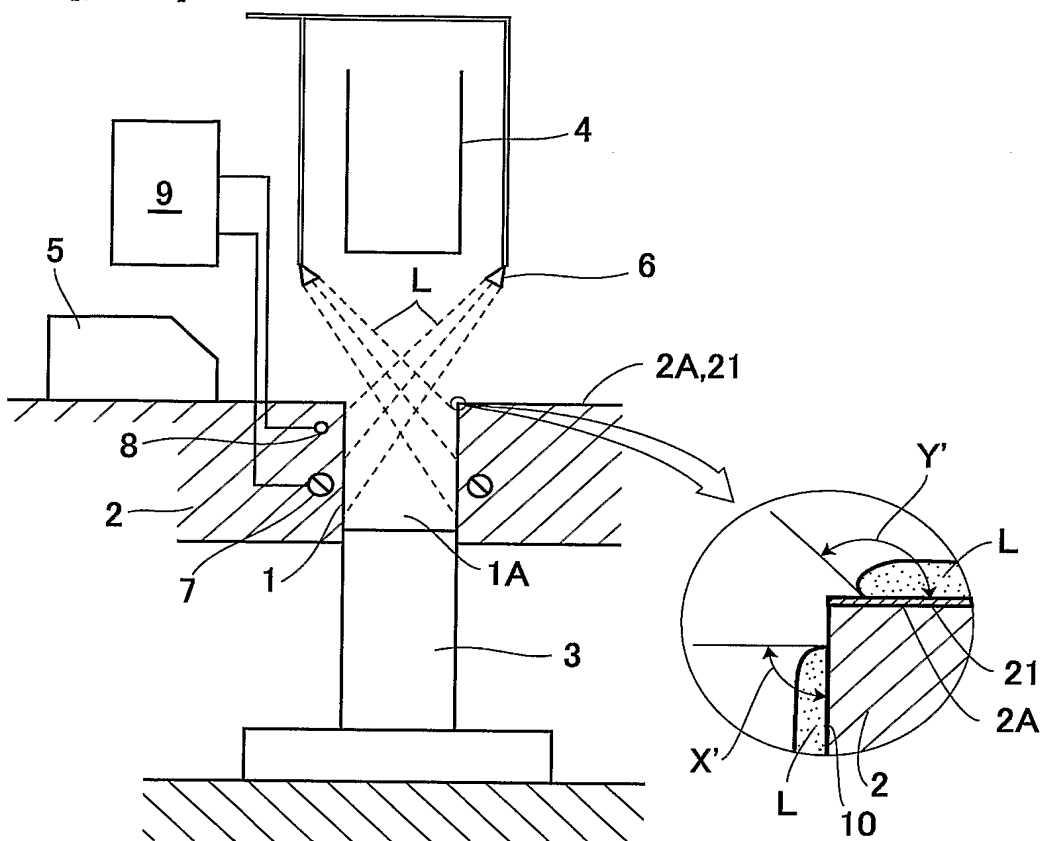
【図 8】



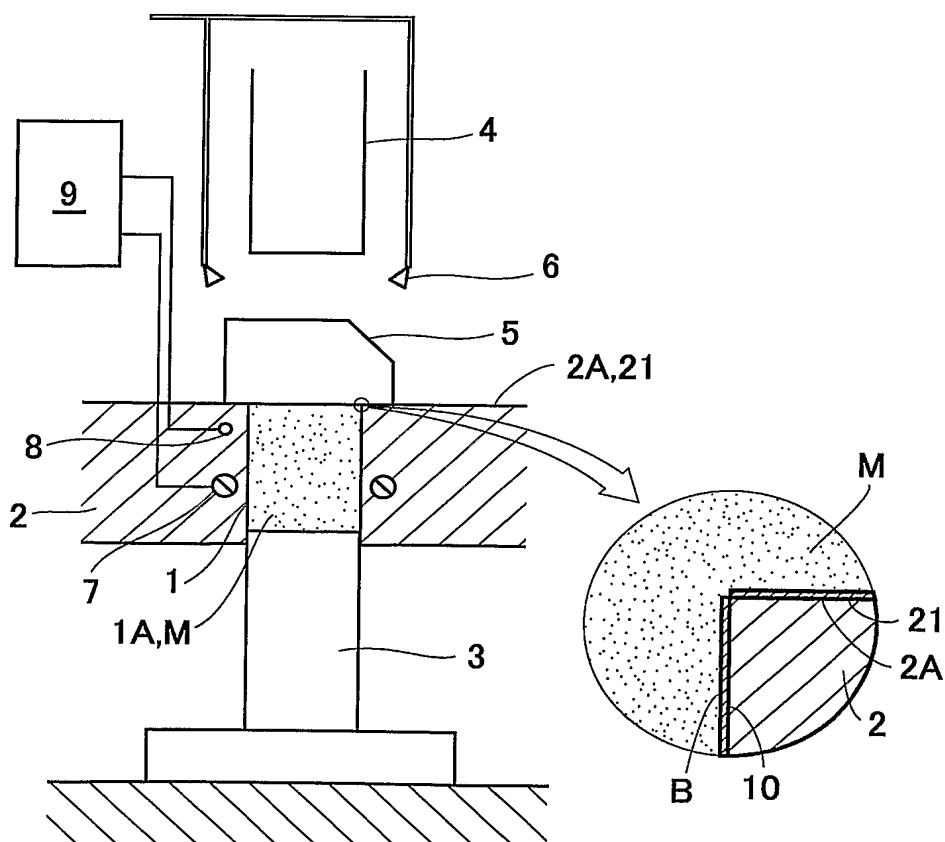
【図 9】



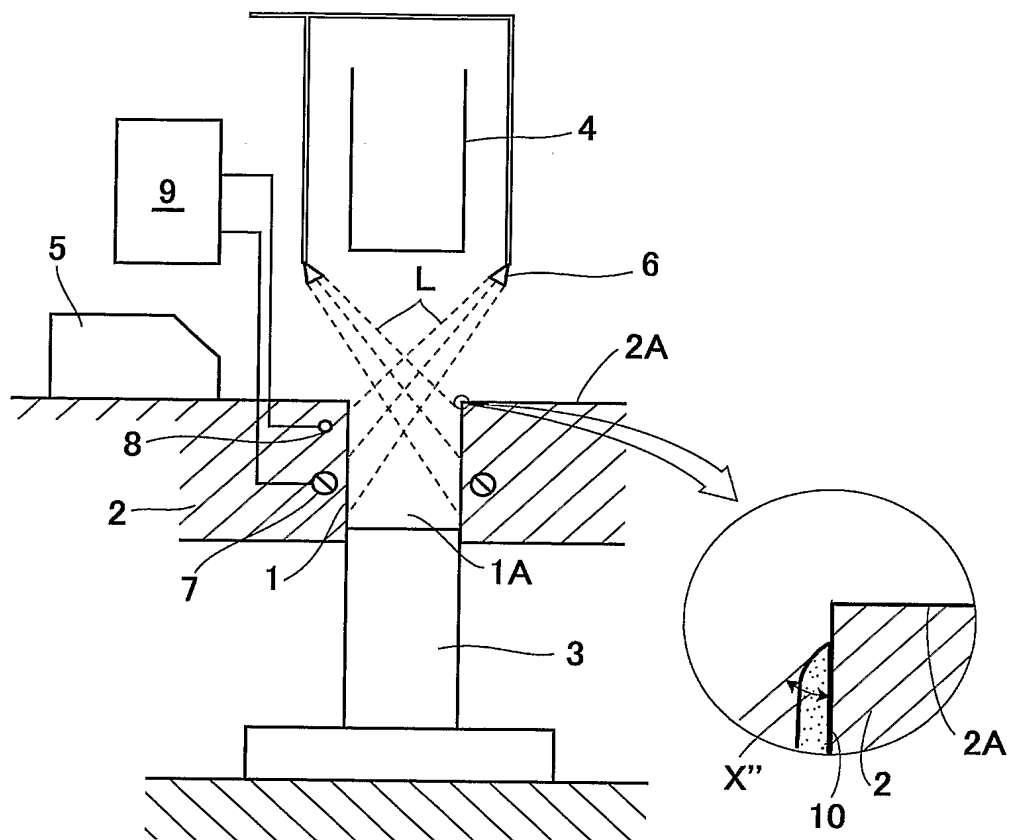
【図 10】



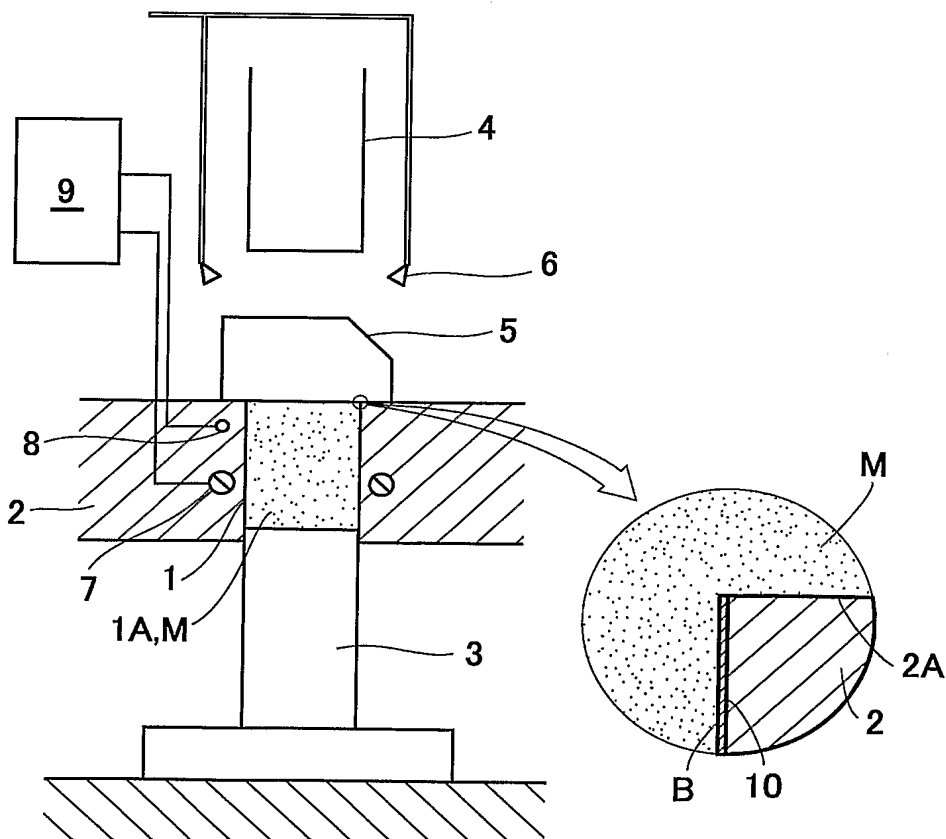
【図 11】



【図 12】



【図 13】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得るようにする。

【解決手段】 成形型本体 2 に形成した成形部 1 A に原料粉末を充填した後に、下、上パンチ 3, 4 を成形部 1 A に嵌合して粉末成形体を成形する。原料粉末 M を充填する前に、20℃における 1 0 0 g の水に対する溶解度が 3 g 以上の水溶性潤滑剤を水に均一な相となるように溶解した水溶液 L を成形部 1 A に付着させ、該水溶液 L を蒸発させて成形部 1 A に結晶を形成させて晶出層 B を形成する。成形部 1 A の周面に緻密な潤滑用の層 B が形成され、粉末成形体 A の成形部 1 A からの拔出圧力を低減できると共に、粉末成形体 A の密度も向上することができ、さらに安定して連続成形することができる。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 4 - 0 5 5 3 6 3

ページ : 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 6 2 6 4 ]

1. 変更年月日

1 9 9 2 年 4 月 1 0 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都千代田区大手町 1 丁目 5 番 1 号

氏 名

三菱マテリアル株式会社